

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

DANMARK

(51) Int. Cl.² C 13 K 13/00
C 07 C 29/24

(21) Ansøgning nr. 434/68 (22) Indleveret den 5. feb. 1968

(23) Løbedag 5. feb. 1968

(44) Ansøgningen fremlagt og
fremlæggelsesskriftet offentliggjort den 14. jun. 1976DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

(30) Prioritet begæret fra den -

- (71) KARL KRISTIAN KOBS KRØYER, Banegårdsplads 4, Århus C., og AKTIE=SELSKABET NIRO ATOMIZER, Gladsaxevej 305, Søborg.
- (72) Opfinder: Niels Christian Holt, Skolevangsallé 40, Risskov, Lars Olav Thomsen, Højdedraget 3, Skanderborg, Ove Emil Hansen, Kastaniealle 33, Vanløse, Odd Andreassen, Høje Gladsaxe 23, Søborg.

- (74) Fuldmægtig under sagens behandling:
Ingeniørfirmaet Lehmann & Ree.

- (54) Fremgangsmåde og apparat til udvinding af et tørt fritstrømmende produkt af en opløsning eller opslemning af vanskeligt krystalliserbare kulhydrater eller tilsvarende alkoholer.

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til udvinding af et tørt fritstrømmende produkt af en opløsning eller opslemning af vanskeligt krystalliserbare kulhydrater eller tilsvarende alkoholer, hvorved opløsningen eller opslemningen forstøves i et forstøvningstårn under samtidig forstøvning af recirkuleret tørt fritstrømmende materiale, der eventuelt har været underkastet en formalin.

En række kulhydrater og tilsvarende alkoholer har trods visse forskelle i kemisk opbygning det fælles fysiske træk, at oplosninger eller opslemninger heraf er vanskeligt krystalliserbare under inddampning eller tørring. Dette medfører, at sådanne oplosninger eller opslemninger ikke uden alvorlige ulemper i forbindelse med fastklæbning af materialet på forstøvningstårnets underside lader

sig forstøvningskristallisere ved kendte metoder.

Ved bestemmelsen af, om et kulhydrat eller en hertil svarende alkohol er vanskeligt kristalliserbar, anvendes følgende prøveteknik:

En tynd væskehinde af en mættet opløsning af det stof, hvis kristalliserbarhed ønskes undersøgt, anbringes på en glasplade. Væskehinden tilføres derpå en strøm af varm luft ved ca. 60°C, f.eks. ved hjælp af en hårtørrer. Sådanne stoffer som f.eks. lactose og mannos, som herved udkristalliseres, hvilket viser sig ved, at væskehinden efter kort tids forløb ikke klæber, men føles hård og tør, betegnes som let kristalliserbare.

Hvis væskehinden ikke udskiller krystaller, gentages forsøget, idet man i væsken indfører en så stor mængde krystaller af samme art som opløsningens tørstof, at blandingen får konsistens som en tyk grød. Dersom blandingen efter nogle minutters påvirkning af varm luft føles hård og tør, betegnes stoffet som vanskeligt kristalliserbart. Dette vil f.eks. være tilfældet med følgende kulhydrater: Glukose, sorbose, manose, galactose, arabinose, xylose, saccharose samt sorbitol.

Med visse stoffer vil blandingen, selv efter en halv times indvirkning af varm luft, ikke blive hård, men forblive klæbrig. Sådanne stoffer, f.eks. invertsukker og fructose, betegnes som ikke-kristalliserende.

Ved en kendt fremgangsmåde af ovennævnte art, hvorved der foretages en recirkulation af en materialemængde på 1 - 6 gange tørstofmængden i en opløsning af glukose, som tilføres forstøvningstårnet, sker der ofte en standsning af produktionen efter en vis tid som følge af, at det forstøvede materiale klæber fast til indersiden af forstøvningstårnet, hvorpå det danner et meget tykt lag. Man har forsøgt at undgå dette ved at banke hyppigt på ydersiden af forstøvningstårnet, men denne løsning har hverken været effektiv eller egnet til brug ved automatisk virkende apparater.

Det har nu vist sig, at denne tendens til fastklæbning på indersiden af forstøvningstårnet kan tolereres og ovenikøbet er hensigtsmæssig for opnåelsen af den ønskede tørre fritstrømmende glukose, og det har endvidere vist, at den nævnte tendens til fastklæbning kan udnyttes ifølge opfindelsen, ikke alene når det drejer sig om glukoseprodukter men i det hele taget, når der er tale om vanskeligt kristalliserbare kulhydrater eller tilsvarende alkoholer.

Det har ved nærmere undersøgelser vist sig, at den krystal-

lisation, som finder sted under forstøvningen og podningen af den forstøvede opløsning eller opslemning af kulhydratet eller alkoholen i forstøvningstårnet, ikke er fuldstændig afsluttet, når det forstøvede materiale rammer tårnets sider eller bund. Det forstøvede materiale er derfor lidt klæbrig og vil hænge fast på indersiden af tårnet. Dersom man lader apparatet fortsætte sin drift uforstyrret, sker der som nævnt en gradvis opbygning af materialet, som efterhånden kommer til at danne meget tykke lag. Imidlertid vil udkrystalliseringen i laget stadig skride frem, og når laget er vidtgående krystalliseret, vil den del af materialet, der er i direkte kontakt med indersiden, være af en sådan beskaffenhed, at materialet let kan løsnes og bringes til at falde ned som store kager. Imidlertid vil krystallisationen i den del af det forstøvede materiale, som sidst har sat sig på de dannede lag på tårnets inderside, ikke være afsluttet, således at det nedfaldne materiale ikke er egnet til videre forarbejdning, herunder udtagelse af materiale til recirkulation til forstøvningstårnet. Hvis det nedstyrte materiale imidlertid holdes tilbage, indtil krystallisationen i alle dele af materialet er afsluttet, dannes der et produkt, som ikke er klæbrig, og som er velegnet til at blive underkastet den nævnte videre forarbejdning.

Denne erkendelse danner grundlag for fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse, som er ejendommelig ved, at man lader materialet, som dannes i forstøvningstårnet, opbygge til et tykt lag, der først, når størsteparten af laget er vidtgående krystalliseret, løsnes og udtages af tårnet, hvorefter det føres til et holdeapparat, hvori det holdes i et sådant tidsrum og under sådanne betingelser, at krystallisationen i det væsentlige er bragt til afslutning, før det viderefører arbejdes.

Det tidsrum, hvori materialet skal holdes tilbage, efter at det har forladt forstøvningstårnet for at fremkalde en i det væsentlige fuldstændig krystallisation, vil afhænge af den tilstand, hvori materialet befinder sig ved indføringen i holdeapparatet og de betingelser, hvorunder tilbageholdelsen sker.

Ved en særligt foretrukken udførelsesform for fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse holdes materialet under konstant bevægelse i det nævnte tidsrum, fortrinsvis i en om en vandret akse roterende tromle, hvori der er anbragt løfteorganer, som løfter materialet op fra den nederste del af tromlen og fremkalder et frit fald tilbage hertil. Ved at holde materialet under bevægelse opnås, at krystallisationen hurtigere skrider frem, og at de fra forstøvnings-

tåret hidrørende kager eller klumper nedbrydes, således at materialet, når det forlader holdeapparatet, eventuelt indeholder en så stor del finkornet materiale, at dette direkte kan fraskilles som det ønskede fritstrømmende slutprodukt. Ved anvendelse af en sådan tromle og under indføring af køleluft ved stuetemperatur vil en gennemsnitlig opholdstid i tromlen på 10 til 15 minutter være tilstrækkelig. En særlig effektiv pudring og dermed yderligere forøget produktion opnås, dersom det recirkulerede materiale inden indføringen i forstøvningstårnet underkastes en formalining. Når materialet forstøves som et fint pudder, opnås bedre kontakt med den forstøvede opløsning, hvilket igen medfører en mere effektiv podning, end hvis materialet førtes direkte fra holdeapparatet tilbage i forstøvningstårnet. Desuden bliver det materiale, der sidder på tårets inderside, mere porøs og derfor lettere at behandle i holdeapparatet. Anvendes til formalining en centrifugalblæser, opnår man yderligere den fordel, at apparatet til formalining samtidig tjener til at transportere det recirkulerede materiale pneumatisch. Ofte vil den opløsning, som tilføres forstøvningstårnet, have et relativt stort vandindhold, f.eks. 20 - 30%, således at der må foretages en fordampning af denne vandmængde i forstøvningstårnet med varm luft. Det kan imidlertid være forbundet med fordele at anvende en stærkt koncentreret opløsning som udgangsmateriale. Det er således mere økonomisk at fjerne vandet ved fordampning i en inddamper end i forstøvningstårnet. Dersom man under disse forhold bibeholder mængden af tørreluft, opnås en større produktion i anlægget, men er tørstofindholdet tilstrækkeligt højt, og ønskes produktionen af anlægget ikke forøget, kan der til gengæld til forstøvningstårnet føres relativt kold luft. I det extreme tilfælde, hvor udgangsmaterialet er inddampet til en smelte, indføres luft ved stuetemperatur, idet luften i så tilfælde tjener til at fjerne krystallisationsvarmen.

Som eksempel på udgangsmaterialer, der kan behandles ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen, skal nævnes opløsninger eller opslemninger af glukose dannet ved hydrolyse af stivelse og endvidere sorbose, mannose, galactose, arabinose, xylose, saccharose samt sorbitol. Alle de nævnte stoffer er af en sådan natur, at de må betegnes som vanskeligt krystalliserbare, hvorfor opløsninger eller opslemninger af disse stoffer som følge af kraftig fastklæbning af materiale på forstøvningstårnets indervæg efter nogen tids produktion ikke længere lader sig forstøvningskrystallisere efter de kendte metoder. Ved udvinding ifølge opfindelsen af et tørt fritstrømmende glukoseprodukt fremstillet ved hydrolyse af stivelse anvendes hensigtsmæssigt en op-

løsning indeholdende ca. 75% tørstof, når der ledes varm luft til forstøvningstårnet. Hvis man foretager en inddampning af glukoseopløsningen til et tørstofindhold på ca. 90%, kan denne koncentrerede opløsning anvendes som udgangsmateriale ved den ovenfor nævnte foretrukne udførelsesform for fremgangsmåden ifølge opfindelsen, når der samtidigt tilføres forstøvningstårnet luft ved stuetemperatur.

Opfindelsen angår også et apparat til udførelse af den ovenfor nævnte fremgangsmåde, hvilket apparat omfatter et forstøvnings-tårn, organer til indføring og forstøvning af en opløsning eller opslæmning af et vanskeligt krystalliserbart kulhydrat eller en tilsvarende alkohol i tårnet og organer til recirkulation og forstøvning af tørt fritstrømmende materiale til tårnet. Dette apparat er ejendommeligt ved, at det yderligere omfatter et holdeapparat til tilbageholdning af det i forstøvningstårnet dannede materiale i et sådant tidsrum og under sådanne betingelser, at krystallisationen i det væsentlige er bragt til afslutning, før materialet videreförarbejdes.

En særlig foretrukken udførelsesform for dette apparat har organer til at holde materialet under konstant bevægelse, medens det tilbageholdes, og er fortrinsvis en om en vandret akse roterbar tromle, som er forsynet med løfteorganer, der løfter materialet op fra den nederste del af tromlen og bringer dette til at falde frit tilbage hertil.

Opfindelsen skal herefter forklares nærmere under henvisning til tegningen, som viser et skematisk billede af en foretrukken udførelsesform for apparatet ifølge den foreliggende opfindelse.

På tegningen betegner 1 et forstøvningstårn, som er forsynet med en forstøver 2 og et tilførselsrør 3 for en opløsning af et vanskeligt krystalliserbart kulhydrat eller en tilsvarende alkohol. Tårnet har ydermere et tilførselsrør 4 for varm luft og et luftafgangsrør 5, der er forbundet med en ikke-vist cyklon til fraskillelse af fine partikler, som føres med ud i tørreluftten.

Bunden af forstøvningstårnet 1 er ved hjælp af en snegl 6 med stor diameter forbundet med en om en vandret akse roterbar tromle 7, der indvendigt er forsynet med ikke-viste løfteorganer. Tromlen 7, som har et tilførselsrør 8 for køleluft og et luftafgangsrør 9, er ved hjælp af et transportorgan 10, f.eks. en snegl eller en kopelevator forbundet med en silo 11, der virker som en buffertank, idet der herfra kan udtages dels materiale til afsækning og dels materiale til recirkulation til forstøvningstårnet 1. Materialet til afsækning udtages gennem en overløbsledning 12, som er tilsluttet et sigteapparat 13,

hvor i der sker en opdeling i to fraktioner. Den fine fraktion udtages gennem en ledning 14 og danner slutproduktet, og den grove fraktion føres gennem en ledning 15 til en ved den nedre ende af siloen 11 anbragt doseringssnegl 16. Doseringssneglen 16 er ved hjælp af en ledning 17 forbundet med et kombineret formalings- og transportorgan 18, f.eks. en centrifugalblæser. Centrifugalblæseren 18's udløbsende er tilsluttet en ledning 19, som står i forbindelse med den øverste ende af forstøvningstårnet 1.

Under brugen af det viste apparat sker der samtidig en forstøvningstørring af den gennem røret 3 tilførte opløsning og en forstøvning af det recirkulerede, frit strømmende materiale, der har form som et pudder, der i kontakt med den forstøvede væske virker som kim og starter krystallisationen. De dannede partikler, som i nogen grad er klæbrige, vil i vidt omfang sætte sig på indersiden af forstøvningstårnet 1, hvor den iværksatte krystallisation vil fortsætte.

Materialets lange opholdstid i forstøvningstårnet kan f.eks. opnås ved, at man banker på kammerets cylindriske og koniske del en gang for hver times drift, men iøvrigt lader processen forløbe uforstyrret. Mere hensigtsmæssigt er det at banke på kun én sektion af tårnets væg ad gangen, f.eks. således, at der efter et kvarters drift bankes på en fjerdedel af omkredsen, efter endnu et kvarters forløb på den næste fjerdedel o.s.v. På denne måde bliver lagets opholdstid i tårnet stadig 1 time. Som følge af bankningen vil der opstå skred, hvorved store materialemængder frigøres fra indersiden af tårnet 1 og styrter ned i dettes bund. Derfra føres materialet gennem sneglen 6 ind i tromlen 7. I denne tromle, der langsomt roteres, holdes materialet i bevægelse mod tromlens afgangsende, medens der tilledes køleluft gennem røret 8 og udtages luft gennem røret 9. Under denne langsomme bevægelse, hvorved materialet løftes op og bringes til at falde ned mod tromlens nederste del, bringes krystallisationen til afslutning samtidig med at kager eller klumper hidrørende fra forstøvningstårnet slås i stykker. Der dannes herved et kornet materiale, som overføres til siloen 11. Tørt produkt udtages fra siloen 11 gennem overløbsledningen 12 og underkastes en sigtning i sigteapparatet 13. Ved hjælp af doseringssneglen 16 udtages fra siloen 11 en materialemængde, som står i et ønsket forhold til tørstofmængden i den opløsning, som gennem røret 3 tilføres forstøvningstårnet 1. Det doserede materiale føres gennem røret 17, centrifugalblæseren 18 og røret 19 tilbage til forstøvningstårnet 1. Det sigtede fine materiale, som udtages gennem røret 14 fra sigteapparatet 13, danner slutproduktet.

Eksempel 1.

I et apparat af den ovenfor viste art behandledes i et forstøvningstårn med en højde på ca. 10 m og diameter på ca. 5 meter pr. time 1,33 tons opløsning med et tørstofindhold på ca. 75% af et ved hydrolyse af stivelse fremstillet glukoseprodukt med en dextroseækvivalens på 95, idet der recirkuleredes en pulvermængde på 3,5 - 4 tons pr. time.

Samtidig tilledtes varm luft med en temperatur på ca. 130°C , hvorved luften, som udtoges fra forstøvningstårnet, fik en temperatur på $60 - 65^{\circ}\text{C}$. Den varme luft tilførtes i en mængde på ca. 16.000 kg pr. time, og opholdstiden for det forstøvede materiale i forstøvningstårnet var gennemsnitlig ca. 1 time. Forstøvningen foretages med en centrifugalforstøver, som roterede med 14.500 omdr./min.

Det i tårnet dannede materiale indførtes i en tromle med en diameter på ca. 1,2 meter og en længde på ca. 6 meter. Tromlen var på indersiden forsynet med otte langsgående løfteskovle. Tromlen køledes med $6 - 8.000$ kg luft pr. time med en temperatur på omkring stutemperatur, og luftens afgangstemperatur var $30 - 40^{\circ}\text{C}$. Herved opnåedes en afkøling af materialet fra en temperatur på $50 - 60^{\circ}\text{C}$ til en temperatur på $30 - 40^{\circ}\text{C}$. Materialets gennemsnitsopholdstid i tromlen var ca. 15 minutter.

Fra tromlen passerede materialet ind i en silo med et rumindhold svarende til en materialemængde på ca. 1 ton. Slutproduktet udtoges fra siloen gennem et overløb, idet det dog først underkastedes en sigtning, idet groft materiale førtes til en ved siloens nederste ende anbragt doseringssnegl, som roterede med en omdrejningshastighed på ca. 14 omdrejninger pr. minut. Det doserede materiale førtes tilbage til forstøvningstårnet ved hjælp af en centrifugalblæser, som havde en omdrejningshastighed på ca. 3.000 omdrejninger pr., minut.

Den samlede gennemsnitlige opholdstid for materialet i det viste apparat var $1 \frac{1}{2} - 2$ timer.

I stedet for at køle materialet i tromlen i medstrøm har man også foretaget køling i modstrøm med køleluft med stutemperatur. Herved opnåedes en afgangstemperatur på køleluften på $50 - 60^{\circ}\text{C}$, medens materialet havde en afgangstemperatur på omkring stutemperatur. Der opnåedes et tørt, fritstrømmende produkt (såkaldt total sugar) med et vandindhold på $2 - 3\%$.

Eksempel 2.

I det samme apparat som det i eksempel 1 beskrevne behandledes en vandig opløsning af sorbitol med et tørstofindhold på ca. 67% under recirkulation af en pulvermængde på 3,5 - 4 tons pr. time.

Den varme lufts temperatur var 150 - 155°C, og temperaturen af luften, som udtoges fra forstøvningstårnet, var 65°C. Materialet afkøledes i tromlen fra ca. 60°C til 45°C. De øvrige procesbetingelser var som beskrevet i eksempel 1.

Det færdige produkt havde et vandindhold på 1 - 2%.

P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåde til udvinding af et tørt, fritstrømmende produkt af en opløsning eller opslemning af vanskeligt krystalliserbare kulhydrater eller tilsvarende alkoholer, hvorved opløsningen eller opslemningen forstøves i et forstøvningstårn under samtidig forstøvning af recirkuleret, tørt, fritstrømmende materiale, der eventuelt har været underkastet en formalin, kendte tegn ved, at man lader materialet, som dannes i forstøvningstårnet, opbygge til et tykt lag, der først, når størstedelen af laget er vidtgående krystalliseret, løsnes og udtages af tårnet, hvorefter materialet føres til et holdeapparat, hvori det holdes i et sådant tidsrum og under sådanne betingelser, at krystallisationen i det væsentlige er bragt til afslutning, før det videreforarbejdes.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, kendte tegn ved, at materialet holdes under konstant bevægelse i holdeapparatet;

3. Apparat til udførelse af fremgangsmåden ifølge krav 1, omfattende et forstøvningstårn, organer til indføring og forstøvning af en opløsning eller opslemning af et vanskeligt krystalliserbart kulhydrat eller en tilsvarende alkohol i forstøvningstårnet og organer til recirkulering og forstøvning af dannet fritstrømmende, tørt materiale i forstøvningstårnet, kendte tegn ved, at det yderligere omfatter et holdeapparat til tilbageholdelse af det i forstøvningstårnet dannede materiale i et sådant tidsrum og under sådanne betingelser, at krystallisationen i det væsentlige er bragt til afslutning, før materialet videreforarbejdes.

4. Apparat ifølge krav 3, kendte tegn ved, at holdeapparatet har organer til at holde materialet under konstant bevægelse.

Fremdragne publikationer:

Norsk patent nr. 110478

Tysk patent nr. 1188519.

